

440353

10 OCT 1975

Y
LA
CENTRAL
DE
LA
COMUNICACION

P.- 61.130

34499 CASE 7410

Int. Cl. <i>C01F</i>

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTES DE INVENCIÓN

a nombre de THE GILLETTE COMPANY

entidad norteamericana

establecida en Prudential Tower Building, Boston,
Massachusetts, Estados Unidos de América.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN PRODUCTO DE ZIRCO-
NIO Y ALUMINIO CONTRA EL SUDOR"

Prioridad reivindicada: Estados Unidos de América, 26 de
Agosto de 1974, núm. 500.675.

24-9-75

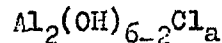
**POOR
QUALITY**

La presente invención está relacionada con productos contra el sudor de zirconio de aluminio y con los procedimientos para producir los mismos. En general, los productos contra el sudor se forman haciendo reaccionar aproximadamente un mol de cloruro de zirconilo ($ZrOCl_2$) con aproximadamente 0.75 a 1.5 moles de glicinato de dihidroxialuminio y luego haciendo reaccionar adicionalmente la composición resultante con de aproximadamente 0.25 a 6 moles de un clorhidróxido y aluminio.

El cloruro de zirconilo desde hace mucho tiempo se sabe que es un producto contra el sudor más efectivo que los clorhidróxidos de aluminio que se han vendido extensamente. Sin embargo debido a la acidez del cloruro de zirconilo que lo hace algo irritante para la piel y perjudicial para la ropa, no se ha usado extensamente. Se han propuesto varios métodos para reducir su acidez combinándose con compuestos de aluminio básicos solos o en combinación con otros materiales tales como ureas o amino ácidos, pero ninguno de estos métodos ha demostrado ser completamente satisfactorio. La presente invención está relacionada con proporcionar productos

contra el sudor de aluminio y zirconio (a) que tiene acideces de tal manera como para no ser perjudiciales a la piel o a la ropa; y (b) tienen una actividad contra el sudor que es comparable a aquella de los complejos de productos contra el sudor de aluminio y zirconio que se venden actualmente y que pueden elaborarse a costos comparables.

Por lo general se ha encontrado que los objetos anteriormente citados pueden obtenerse mediante un producto contra el sudor que se forma haciendo reaccionar aproximadamente un mol de cloruro de zirconilo con de aproximadamente ,75 a 1.5 moles y de preferencia un mol de glicinato de dihidroxialuminio y luego haciendo reaccionar adicionalmente la composición resultante con de aproximadamente 0.25 a 6 moles, de preferencia de 0.25 a 2 moles y de manera especialmente preferida de aproximadamente 1.25 moles de un clorhidróxido de aluminio dentro de la fórmula:



en donde "a" es un número de 0.8 a 2.0 y de preferencia tiene un valor de 1. Por lo general, los complejos de zirconio y aluminio dentro del alcance de la presente invención pueden representarse mediante la fórmula:



en donde "a" es como se ha definido en lo que antecede; "x" es un número de 0.75 a 1.5 y de preferencia de 1; e "y" es un número de 0.25 a 6 y de preferencia de 0.25 a 2. Las com-

posiciones en donde "x" es aproximadamente 1 e "y" es de aproximadamente 1.25 se ha encontrado que son particularmente útiles.

Por lo general los productos contra el sudor de la presente invención se producen en un medio acuoso. Tal como es sabido, el glicinato de dihidroxialuminio es prácticamente insoluble en agua. Sin embargo se ha encontrado que a través de la reacción con cloruro de zirconilo se solubiliza y la reacción continúa de manera bastante rápida. En un modo preferido para llevar a cabo la reacción, se elabora una suspensión espesa de dihidroxialuminio en agua y luego se combina con una solución acuosa del cloruro de zirconilo. Por lo general la reacción puede acelerarse calentando moderadamente (v. gr. hasta temperatura de 100°C. y de preferencia a temperaturas entre 45° y 60°C.) la solución de cloruro de zirconilo antes de añadir la suspensión espesa de glicinato de dihidroxialuminio. Mediante calentamiento hasta la escala de temperatura preferida se ha encontrado que el glicinato de dihidroxialuminio se disuelve virtualmente en más o menos 30 minutos. La composición resultante, que es soluble en agua se combina luego con una solución acuosa del clorhidróxido de aluminio. El producto contra el sudor resultante puede usarse en la solución en donde se produce para formular composiciones contra el sudor o puede recuperarse en forma de polvo, v. gr. mediante secado por rociadura y usarse luego en los distintos tipos de formulaciones de productos contra el sudor que se venden comercialmente,

v. gr. cremas, barras, y aerosoles. Por lo general el secado del complejo se lleva a cabo bajo condiciones que proporcionan un contenido de humedad de aproximadamente 3 a 15 por ciento y de preferencia de aproximadamente 6 a 12 por ciento.

Generalmente, los productos contra el sudor de la presente invención en medios acuosos tienen valores de pH que quedan dentro de la escala de 3.8 a 4.1. Como es sabido, estos valores de pH son bastante deseables desde un punto de vista de seguridad en cuanto a lo que se refiere a la piel y a la ropa. Si se desea, los productos contra el sudor pueden regularse además mediante otros materiales tales como urea y aminoácidos.

Los productos contra el sudor de la presente invención se encontró que eran particularmente útiles en composiciones contra el sudor de aerosol del tipo en donde el ingrediente activo se suspende como un polvo fino en un portador líquido hidrofóbico casi anhidro. Por lo general dichas composiciones de aerosol consisten de: (a) de aproximadamente 1 a 15 por ciento del producto contra el sudor; (b) de aproximadamente 0.1 a aproximadamente 5.0 por ciento de un agente de suspensión tal como sílice coloidal, arcillas tratadas (v. gr. el producto de reacción de bentonita y un agente tensioactivo catiónico) y aminas y amidas alifáticas de alto peso molecular, v. gr. laurilamina y monoetanolamida de estearilo; (c) de aproximadamente 1 a 15 por ciento de un portador líquido hidro-

fóbico tal como ésteres del ácido graso (v.gr. miristato de isopropilo y palmitato de isopropilo), ésteres de ácido dibásico tales como succinato de dietilo, ésteres de ácido tribásico (v.gr. citrato de trietilo), aceites minerales, alcoholes (tales como alcohol de laurilo), ácidos grasos (tales como ácido esteárico) y aceites de silicona (v. gr. dimetilpolisiloxano): y (d) de aproximadamente 70 a 90 por ciento de un impelente tal como, diclorodifluometano, triclorofluometano, diclorotetrafluoetano, triclorotrifluoetano, propano, butano y combinaciones de los mismos.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos e ilustran la preparación de los productos contra el sudor dentro del alcance de la presente invención.

EJEMPLO I

14.85 kilogramos de una solución acuosa de cloruro de zirconilo (20 por ciento de ZrO_2) se calentaron a temperatura de 50°C. en un recipiente de reacción revestido con vidrio. 3.178 kilogramos de glicinato de dihidroxialuminio (sobre una base anhidra) que se había formado en una suspensión espesa con 9.080 kilogramos de agua desionizada se añadieron y se agitaron en la solución calentada de cloruro de zirconilo en incrementos pequeños a través de un período de 10 a 15 minutos. Después de que toda la suspensión espesa se había aña-

dido con la ayuda de 4.540 kilogramos de agua adicional, se continuo la agitación durante 30 minutos adicionales para asegurar la disolución completa del glicinato. 13.03 kilogramos de una solución acuosa al 50 por ciento de clorhidrato de aluminio (12.5 por ciento de Al) se añadieron con agitación. La composición resultante se filtró para proporcionar una solución cristalina al 38 por ciento que se secó por rociadura hasta formar un polvo que fluye libremente y luego se molió hasta el tamaño de partícula deseado. El secado por rociadura se llevó a cabo en un secador de rociadura de planta piloto a un régimen de alimentación de 110 mililitros por minuto con una temperatura de entrada de 190°C. a 193°C., una temperatura de salida de 82° a 93°C. y una presión de aire de 6.328 kilogramos por centímetro cuadrado. La relación atómica de aluminio a zirconio a cloruro para el producto contra el sudor terminado era de 3.5 a 1 a 3.25 y una solución acuosa al 15 por ciento del mismo tenía un pH de aproximadamente 3.9.

El producto contra el sudor producido en el Ejemplo I se incorporó en una composición contra el sudor de aerosol de la siguiente fórmula:

Producto contra el sudor del Ejemplo I	4.6%
Miristato de isopropilo	4.0%
Silice coloidal Cab-O-Sil	0.35%
Fragancia	0.3%
Impelente	90.75%

(40 partes de diclorodifluometano)

(60 partes de triclorofluometano)

100.00%

La composición anteriormente citada se sometió a prueba usando un protocolo semejante a aquel dado a conocer por Fredell y Longfellow en el Journal of the Society of Cosmetic Chemists, Volumen 9(2), páginas 108, 1958 en 125 mujeres contra una composición contra el sudor de aerosol comercial que tenía un complejo de clorohidróxido de aluminio, hidroxilcloruro de zirconilo y glicina como los ingredientes activos. Después de cuatro aplicaciones en un período de cinco días, el porcentaje de las reducción del sudor fueron las siguientes:

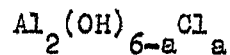
<u>Producto</u>	<u>% Promedio de Reducción del Sudor</u>
Producto contra el sudor del	
Ejemplo I	42.9
Producto contra el sudor co-	
mercial	40.5

Como puede observarse el producto contra el sudor de esta invención es por lo menos tan efectivo como el producto contra el sudor comercial.

**POOR
QUALITY**

REIVINDICACIONES

1ª.- Un procedimiento para producir un producto de zirconio y aluminio contra el sudor, caracterizado por hacer reaccionar en un medio acuoso, de aproximadamente 0.75 a 1.5 moles de glicinato de dihidroxialuminio con 1 mol de cloruro de zirconilo y luego hacer reaccionar el producto resultante, con de aproximadamente 0.25 a 6 moles de un clorhidróxido de aluminio, dentro de la fórmula:



en donde "a" es un número de 0.8 a 2.0.

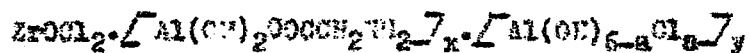
2ª.- Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1ª, caracterizado en que "a" es aproximadamente 1.

3ª.- Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 1ª ó 2ª, caracterizado en que el producto resultante se hace reaccionar además con de aproximadamente 0.25 a 2 moles de clorhidróxido de aluminio.

4ª.- Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualquiera de las cláusulas 1ª a 3ª, caracterizado en

que se explica aproximadamente 1 mol de glicinato de dihidrato aluminio y el producto resultante se hace reaccionar además con de aproximadamente 1.25 moles de clorhidrato de aluminio.

5. Un procedimiento para producir un producto contra el sudor de zirconio y aluminio, caracterizado en que el producto de cualesquiera de las cláusulas que anteceden, que tiene la fórmula empírica:



en donde "a" es un número de 0.8 a 2.0, y de preferencia de aproximadamente 1, "x" es un número de 0.75 a 1.5, e "y" es un número de 0.25 a 6 y de preferencia de 0.25 a 2.0, se seca y se recupera como un polvo fino y luego se combina con aproximadamente 1 a 15 por ciento del polvo con de aproximadamente 0.1 a aproximadamente 5.0 por ciento en peso de un agente de suspensión, de aproximadamente 1 a 15 por ciento en peso de un portador líquido hidrofóbico y de aproximadamente 70 por ciento a 90 por ciento de un impelente.

6. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 5, caracterizado en que "x" es 1 e "y" es 1.25.

7. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la cláusula 5 ó 6, caracterizado en que el agente de suspensión usado es sílice coloidal o una arcilla tratada.

8. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualesquiera de las cláusulas 5 a 7, caracterizado en

**POOR
QUALITY**

que el portador usado es un éster de ácido graso, o un éster de ácido dibásico o tribásico, un aceite mineral; un alcohol, un ácido graso o un aceite de silicona.

5

9ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN PRODUCTO DE ZIRCONIO Y ALUMINIO CONTRA EL SUDOR.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

10 OCT. 1975

P.A.

Oscar de Elzaburu
Por Poder

